

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

19	ES	11	NUMERO	10	A 1
		21	451664		
		22	FECHA DE PRESENTACION		
			18.9.76		

P.- 64.001

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
P 25 43 733.6-41	1.10.75	Rep.Fed.AL.
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	B01J, C07C	
64 TITULO DE LA INVENCION		
"PROCEDIMIENTO PARA LA REALIZACION DEL INTERCAMBIO DE IONES EN EL CICLO CON CARGA Y CON REGENERACION"		
71 SOLICITANTE (S)		
DEUTSCHE GOLD- UND SILBER-SCHNEIDANSTALT VORMALS ROESSLER		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
Weissfrauenstrasse 9, 6 Frankfurt/Main, República Federal Alemana		
72 INVENTOR (ES)		
Wolfgang Heim, Dr. Günter Prescher y Dr. Gerd Schreyer		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
D. ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ		

1 En la realización de reacciones de intercambio de iones se deben verter de modo sucesivo diferentes soluciones sobre la resina que contiene los grupos activos para intercambio.

5 En este caso, dentro del marco de un ciclo de intercambio, se completan en general las siguientes etapas:

1) La resina es cargada ampliamente con el ión A y es cubierta con agua; no obstante, se han conocido también procedimientos - en los cuales la resina de la que se había evacuado el líquido era empleada para la siguiente etapa (2) (véase solicitud de patente alemana - - -
10 P 25 08 228,4-12).

2) La resina recibe una solución que contiene el compuesto iónico B-X. Este proceso debe dar lugar al intercambio útil de A por B ("carga"). Se obtiene una solución que contiene el compuesto iónico A-X.

15 Se prosigue la etapa del procedimiento hasta llegar a una concentración límite establecida de B en la solución saliente que - contiene A - X.

3) La resina está ahora cargada ampliamente con el ión B - en lugar de con A -, y cubierta con una solución que contiene los -
20 compuestos iónicos A-X y B-X. Luego la resina es lavada con agua hasta - quedar libre de la solución de producto (A - X / B - X).

4) A continuación la resina recibe una solución que - contiene el compuesto iónico A-Y y que debe producir el cambio de carga más completo posible de la resina intercambiadora de B a A ("regenera-
25 ción").

De la resina sale una solución que contiene al comienzo sobre todo el compuesto iónico B - Y y a continuación cantidades crecientes de A - Y.

5) Luego la resina intercambiadora es lavada con agua
30 hasta quedar libre de producto. La solución saliente contiene los compues

1 tos iónicos A - Y y - en menor concentración - B - Y con concentración -
total decreciente.

El proceso es proseguido hasta llegar a una deseada —
concentración límite de A - Y o de B-Y en las aguas de lavado. Entonces
5 la resina está nuevamente dispuesta para la etapa de procedimiento según
1).

Ahora bien, es sabido que la reacción global que tiene
lugar dentro del ciclo de intercambio (véanse etapas (2) y (4))



10 no transcurre con rendimiento cuantitativo. Por el contrario, se debe -
utilizar un compuesto iónico - por ejemplo el A - Y - siempre en un exce-
so más o menos grande sobre el equimolar en lo que se refiere al otro.
Esto ocurre sobre todo cuando se emplean intercambiadores de cationes -
fuertemente ácidos o intercambiadores de aniones fuertemente básicos. —
15 Por ejemplo, para estos intercambiadores el consumo de agente para rege-
neración puede encontrarse entre 150 y 300% de la teoría (véase Ullmann,
volumen 8, tercera edición (1957), página 833), No obstante, la utiliza-
ción de tan elevados excesos de agente de regeneración es por un lado muy
antieconómica, sobre todo cuando pasan a intercambio soluciones concen-
20 tradas por razones preparativas - tal como se describe por ejemplo en la
memoria de patente alemana (solicitud de patente alemana P 25 08 228.4-
-42) - , ya que en este caso los costos de agente para regeneración gra-
van muy intensamente el precio del producto. Por otro lado, la utiliza-
ción de elevados excesos de agente de regeneración es desventajosa, ya -
25 que el exceso pasa a las aguas residuales y actúa contaminando el ambien-
te.

En tal caso se debe tomar en consideración que el exce-
so consumido de agente para regeneración es tanto mayor cuanto mayor de-
be ser la capacidad volumétrica útil del intercambiador, o puede ser me-
30 nor si uno se contenta con una capacidad volumétrica menor de la resina

1 intercambiadora (véase, por ejemplo, R. Dorfner, "Ionenaustauscher", Walter De Gruyter & Co., 3ª edición, Berlín (1970), página 143).

No obstante, se desea precisamente realizar la reacción global que tiene lugar en la resina intercambiadora tanto con cantidades lo más posible estequiométricas, es decir por ejemplo sin grandes excesos de agente para regeneración, como también con elevado grado de aprovechamiento de la capacidad relativamente pequeña que actualmente se encuentra disponible en el caso de las resinas intercambiadoras que se pueden adquirir.

10 No han faltado intentos de lograr esto. Así, en la solicitud de patente alemana F 7603 IVa/12 g se ha intentado llegar a un mejor aprovechamiento del agente para regeneración, dividiendo a éste en varias fracciones o utilizando las aguas de lavado como agente para regeneración previa.

15 No obstante, tal como se describe en la memoria de patente alemana 1.417.643, también en este método era muy elevado el consumo de agente para regeneración. Además de ello la división en fracciones del agente para regeneración significa gastos técnicos adicionales y sobre todo para la técnica de medición y regulación, lo cual dificulta la realización del procedimiento y aumenta las posibilidades de errores.

Otro procedimiento conocido (memoria de patente británica 641.962) recoge en fracciones separadas, tras lavado con agua, el agente para regeneración que ha quedado en el intercambiador al final del proceso de regeneración, y lo utiliza de nuevo - eventualmente después de aumentar la concentración con agente de regeneración de nueva aportación-. Tampoco este procedimiento tiene ninguna ventaja en comparación con el precedentemente mencionado en lo que se refiere al ahorro de agente para regeneración, tal como se describe en la memoria de patente alemana 1.442.500 y tiene la misma desventaja del elevado gasto técnico.

30 Lo mismo ocurre también con el procedimiento descrito

1 en la memoria de patente alemana 393.044 y en la memoria de patente de -
los Estados Unidos 1.485.334, en el cual la solución de sal de regenera-
ción retenida al lavar el intercambiador debe ser almacenada en capas —
superpuestas evitando un perjudicial mezclado (véase también la crítica
5 de este procedimiento en la memoria de patente alemana 1.442.500).

También en la memoria de patente de los Estados Unidos
2.754.261 se intenta disminuir el exceso de agente para regeneración re-
cogiendo el agente para regeneración recuperado al lavar la resina y vol-
viéndolo a utilizar, a saber en un número ilimitado de recipientes, pe-
10 ro ventajosamente en cuatro recipientes. También en este caso, al mismo
tiempo que se obtiene un escaso éxito se necesita un elevado gasto técni-
co para la recogida, el almacenamiento y el nuevo vertido de fracciones
en el orden de sucesión correcto.

El procedimiento descrito en la memoria de patente ale-
15 mana 1.417.643 intenta explicar las desventajas que aparecen en los pro-
cedimientos anteriormente mencionados en lo que se refiere a la activi-
dad y al rendimiento, por el hecho de haberse comprobado que la pequeña
eficacia de estos procedimientos se debe a que las partes de soluciones
utilizadas de nuevo se mezclan antes de, y durante, la nueva utilización.

20 Estas desventajas deben ser evitadas en la memoria de
patente alemana 1.417.643 almacenando las partes de soluciones por un la-
do en diferentes recipientes para almacenamiento y por otro lado median-
te dispositivos especiales, disponiéndolas en capas con densidades espe-
cíficas decrecientes hacia arriba, de manera que se evite un supuesto —
25 mezclado perjudicial.

Tal como se ha comprobado en la memoria de patente ale-
mana 1.442.500, el procedimiento descrito en la memoria de patente alema-
na 1.417.643 todavía no es óptimo en lo que se refiere a la evitación —
del perjudicial mezclado, ya que también en la disposición en capas den-
30 tro de un recipiente para almacenamiento y en el caso de diferencias de

1 densidades sólo pequeñas, se puede llegar al mezclado como consecuencia
de un entremezclamiento debido a convección y a sacudidas, y por consi—
guiente se perdían las ventajas del procedimiento.

Ahora bien, para evitar estas desventajas, las partes
5 de disolvente a utilizar de nuevo se dividen en un gran número de fraccio—
nes, que son almacenadas en diferentes recipientes para almacenamiento y
deben ser utilizadas de nuevo en el orden de sucesión correcto.

Este procedimiento se ha conocido en el sector especia—
lizado como proceso de fracciones intensivo (PFI) (véase por ejemplo R.
10 Hönigschmid-Grossich, "Chemie Ing. Techn." 47 (1975), 605; W. Erbschwen—
der, "Chemie Ing. Techn.", 47 (1975), 607). En tal caso es sabido que de—
bido al complicado control - que es necesario para el procedimiento - se
puede llegar a un grado de errores considerable y por consiguiente a un
fracaso, por lo menos transitorio, del procedimiento (véase loc. cit. -
15 "Chemie Ing. Techn.", 605), lo cual trae consigo extraordinarias desven—
tajas económicas, sobre todo cuando el procedimiento debe ser utilizado
dentro del marco de un extenso proceso técnico.

En un gran número de solicitudes de patente y memorias
de publicación alemanas se realiza el principio fundamental del procedi—
20 miento en lo que se refiere a la necesidad de un gran número de fraccio—
nes y de equipos auxiliares técnicos adicionales (véanse DOS 1.442.942,
1.642.805, 1.642.812, 1.642.813).

Los procedimientos arriba mencionados se refieren de -
modo general al modo de procedimiento en el cual las soluciones conduci—
25 das sobre la resina dentro del marco de un ciclo de intercambio, fluyen
durante la carga y la regeneración (etapas (2) y (4)) en la misma direc—
ción sobre la resina ("procedimiento en isocorriente").

Se ha puesto ahora de manifiesto que en el caso del -
procedimiento en contracorriente se debe disminuir de modo general la —
30 cantidad de agente para regeneración en comparación con el procedimiento

1 en isocorriente (véase R. Dorfner, loc. cit.) Así - por ejemplo en el --
procedimiento de lecho en suspensión - en condiciones comparables con --
una capacidad útil de 1,3 Val/litro de resina se debe disminuir el consu
mo de agente para regeneración de un intercambiador de cationes fuertemen
5 te ácido desde aproximadamente 195% de la teoría en el caso del procedi-
miento en isocorriente hasta 150% de la teoría (véase figura 1).

También para el procedimiento en contracorriente se --
aplicó el proceso de fracciones intensivo, en el cual un gran número de
fracciones de agente para regeneración en exceso debían ser recogidas con
10 elevado gasto técnico, debían ser almacenadas y alimentadas de nuevo al
sistema en el orden de sucesión correcto, con el fin de hacer útil, en --
el caso del tratamiento de agua con 103-105% de la teoría de agente de --
regeneración, el 60% de la capacidad total de un intercambiador de catio
nes fuertemente ácido (DOS 1.642.810).

15 Los procedimientos técnicos conocidos para la realiza-
ción lo más cuantitativa que sea posible de las dos reacciones de inter-
cambio de iones que transcurren dentro del marco de un ciclo de intercam
bio, con simultáneo aprovechamiento lo más elevado que sea posible de la
capacidad de la resina, sólo logran su meta, por ejemplo de manera en sí
20 conocida, almacenando de manera en sí conocida el exceso utilizado de --
agente para regeneración que es recogido al regenerar y lavar (etapas --
(4) y (5)) bien sea por disposición en capas o mejor por división en un
gran número de fracciones sin un mezclado perjudicial, y utilizándolo de
nuevo.

25 Estos procedimientos exigen para su realización un ele
vado gasto técnico y de técnica de control con el fin de gobernar el --
transcurso del trabajo complicado y por lo tanto susceptible de perturba
ciones.

Es misión del invento la realización de reacciones de
30 intercambio de iones, en las que con un aprovechamiento lo más elevado --

1 posible de la capacidad de la resina de intercambio de iones, las dos --
reacciones que tienen lugar dentro de un ciclo de intercambio con los --
grupos activos para intercambio de la resina transcurren con rendimiento
casi cuantitativo una con relación a la otra, a saber sólo con un escaso
5 gasto técnico y por lo tanto con una seguridad en trabajo óptima.

Se ha encontrado ahora que la realización de las dos -
reacciones que transcurren dentro del marco de un ciclo para intercambio
de iones - en lo que sigue denominadas carga y regeneración - se efectúa
de modo técnicamente muy sencillo con rendimiento casi cuantitativo una
10 con respecto a la otra y con elevado aprovechamiento de la capacidad de
la resina, si en al menos una de las dos reacciones - que en lo que si--
gue es denominada regeneración - las corrientes líquidas que salen de la
resina durante la alimentación del agente para regeneración y durante el
lavado, tras haber alimentado el agente de regeneración, siempre que to-
15 davía contengan agente para regeneración prácticamente aprovechable, son
recogidas - en forma de una única fracción - que es homogénea en lo que
se refiere a la composición y a la densidad -, después de lo cual esta -
solución es utilizada de nuevo en la siguiente regeneración y, antes de
introducir agente para regeneración de nueva aportación, es vertida nue-
20 vamente en la resina, conduciéndose tanto esta fracción nuevamente utili-
zada como también el agente para regeneración de nueva aportación en con-
tracorriente para la carga sobre la resina.

De acuerdo con el procedimiento según el invento se ha
cen superfluas todas las medidas de precaución indispensablemente neces-
25 rias hasta ahora para impedir un mezclado a fondo de las partes de solu-
ciones recogidas y que han de ser utilizadas nuevamente. Incluso por el
contrario, la solución recogida - caso de que se desee - puede ser mezcla-
da a fondo antes de ser conducida de nuevo a la resina.

Mediante el procedimiento de acuerdo con el invento se
30 evita el modo de realización, complicado y por lo tanto inseguro en tra-

1 bajo, de los procedimientos convencionales, que tienen la misión de obtener un elevado rendimiento y un elevado aprovechamiento de la capacidad, y esto manteniendo un elevado rendimiento y un elevado aprovechamiento - de la capacidad.

5 El éxito del procedimiento de acuerdo con el invento no era previsible, ya que el sector especializado tenía la opinión de - que había de evitarse indispensablemente un mezclado de las partes de solución que salían de la resina, que estaban diferentemente concentradas, y previstas para la nueva utilización (loc. cit. memoria de patente alemana 1.417.643). Incluso el almacenamiento escalonado según las densidades en capas de estas partes de solución debía ser perjudicial, de modo que el almacenamiento por separado en un gran número de recipientes para fracciones era considerado como el único camino posible (memoria de patente alemana 1.442.500).

15 Este prejuicio técnico es contradicho totalmente por el procedimiento de acuerdo con el invento.

El procedimiento de acuerdo con el invento es apropiado tanto para el empleo en la recuperación de ácidos orgánicos fuertes, tal como por ejemplo del ácido cis-epoxisuccínico a partir de sus sales de metales alcalinos (véase solicitud de patente alemana P 25 03 223.4-20 -42) como también en el caso de la liberación de ácidos orgánicos débiles, tales como por ejemplo ácido acético, a partir de sus sales de metales alcalinos (véase Ejemplo 2) con ayuda de intercambiadores de cationes fuertemente ácidos. No obstante, el procedimiento puede ser empleado con igual 25 ventaja por ejemplo en el caso de la utilización de intercambiadores de uniones fuertemente básicos, o también se puede aplicar dentro del marco de un proceso de tratamiento de agua con intercambiadores tanto de cationes como también de aniones.

Las partes de solución que salen de la resina al menos 30 en una de las dos reacciones - que aquí es designada como regeneración -

1 durante la alimentación de la solución de reacción (es decir del agente
para regeneración) y el subsiguiente lavado posterior, y que práctica-
mente ya no contienen nada de agente para regeneración aprovechable, son
5 retiradas y conducidas a una utilización adicional o también son dese-
chadas, dependiendo de los casos.

En este caso, dependerá de las correspondientes circuns-
tancias cuáles han de ser las partes de solución que han de ser evacua-
das inmediatamente y cuáles han de ser almacenadas de nuevo y utiliza-
das nuevamente.

10 Por un lado, naturalmente, el volumen de las partes -
de solución almacenadas deberá ser lo más pequeño posible, para que no
tenga que moverse una carga inerte de líquido innecesaria; por otro la-
do, de las corrientes líquidas que salen de la columna se escogerá la -
fracción que contenga la mayor parte de agente para regeneración en ex-
15 ceso (A - Y) y posea el mínimo contenido de B - Y (correspondientemente
a la ecuación I y por ejemplo la etapa 4).

Esto es posible, entre otros modos - tal como se indi-
ca con mayor detalle en los ejemplos - sencillamente por control del --
pH, si se regenera con ácido clorhídrico un intercambiador de cationes
20 cargado con álcali y se almacena la solución, por ejemplo a partir de -
pH 0,5 en la salida del intercambiador de cationes, así como por termi-
nación del almacenamiento durante el subsiguiente lavado posterior a --
partir de un pH 1,5 en la salida.

No obstante, estos datos no son válidos de un modo ge-
25 neral, sino que en cada caso individual se ajustan a la correspondiente
composición de las soluciones salientes. El perfil de concentraciones -
de las mismas es dependiente a su vez de los parámetros de experimenta-
ción correspondientes tales como por ejemplo la forma geométrica del in-
tercambio, la velocidad de circulación, el tipo de la solución de reac-
30 ción utilizada y de la resina intercambiadora.

1 El procedimiento no está limitado al empleo dentro de determinados procedimientos en contracorriente, sino que por el contrario puede ser empleado en todos los procedimientos en contracorriente - conocidos - por ejemplo en el caso de procedimientos en lecho en suspen-
5 sión o en procedimientos en lecho comprimido.

El procedimiento de acuerdo con el invento es susceptible de emplearse universalmente para todas las reacciones que transcurren con ayuda de intercambiadores de iones de acuerdo con la ecuación I y puede ser aplicado a las dos reacciones que tienen lugar dentro de -
10 un ciclo de intercambio. En este caso el procedimiento no es limitado de ningún modo por el tipo del intercambiador de iones.

Evidentemente el procedimiento puede ser empleado también dentro del marco de procesos de intercambio de iones, en los cuales se utiliza más de una columna de intercambio. Dentro del marco de deter-
15 minados procesos (véase solicitud de patente alemana P 25 08 228,4-42) se utilizan por ejemplo tres columnas de intercambio de iones, de las cuales siempre una se encuentra en la fase de regeneración. El procedimiento de acuerdo con el invento se realiza entonces utilizando las partes de solución almacenadas siempre para la columna de intercambio que
20 está dispuesta para la siguiente regeneración.

De este modo se pueden combinar las ventajas del procedimiento según el invento de modo general con las ventajas de cualesquiera otros modos de realización de procedimientos en contracorriente.

El procedimiento de acuerdo con el invento puede ser
25 utilizado también para reacciones de intercambio de iones en un medio no acuoso.

El invento es explicado con más detalle con ayuda de los siguientes ejemplos, y las leyendas de las figuras son las siguientes:
30

1 Leyenda de la figura 1.

Función 1 : Procedimiento en isocorriente

Función 2 : Procedimiento en lecho en suspensión

5 1,2 : capacidad útil de un intercambiador de cationes fuertemente ácido en función del consumo de ácido clorhídrico en el caso del tratamiento de agua en condiciones comparables; fuente: folleto de la sociedad Bayer "Das Lewatit-Schwebbettverfahren", un sistema sencillo para el intercambio de iones en contracorriente, Figura 7, edición de 1.4.1972.

Función 3 : Ejemplo comparativo 1

10 Función 4 : Intercambio de iones de acuerdo con el procedimiento según el invento correspondiente al Ejemplo 1.

Leyenda de la figura 2.

Funciones 3, 4 : Idénticas a las funciones 3, 4 en la figura 1.

Ejemplo 1:

15 El procedimiento es explicado con ayuda de la figura 3. La columna intercambiadora 1 (diámetro interior 50 mm, altura 1,0 metros) contiene en una altura de capas de aproximadamente 900 mm 1,75 litros de resina húmeda del tipo de un intercambiador de cationes fuertemente ácido a base de poliestireno/divinilbenceno con ácidos sulfónicos como grupos activos para intercambio. La resina llena en el estado regenerado aproximadamente 95% del volumen libre entre dos placas perforadas.

20

La carga se efectúa desde abajo a través de la conducción 4 con un grado de carga específico de 1,5 - 1,6 litros/hora por litro de resina; la solución de producto es retirada a través de la conducción 5.

25

Se emplea una solución que contiene 0,553 moles/litro de una mezcla de ácidos (19% en moles de ácido DL-tartárico, 81% en moles de ácido cis-epoxisuccínico) parcialmente en forma de los ácidos libres, parcialmente en forma de las sales sódicas y 1,06 moles/litro de iones Na^+ . En este caso es cargada la columna de intercambio de la que

30

1 se ha evacuado agua. Se continúa la operación de carga hasta que en la -
salida 5 la concentración de Na^+ exceda de aproximadamente 100 ppm. La -
concentración de Na^+ de toda la solución retirada a través de 5 es en -
promedio menor de 5 ppm. La solución que ha quedado en la columna es des-
5 plazada a través de la conducción 6 con agua totalmente desalinizada y -
es evacuada a través de la conducción 7.

Para la regeneración de la columna cargada con Na^+ se
procede del siguiente modo:

10 En primer término el contenido del recipiente 2 - que
contiene la fracción almacenada de ácido clorhídrico - es vertido a tra-
vés de la bomba 3 y la conducción 10 desde arriba al intercambiador 1 con
un grado medio de carga específica de aproximadamente 5-10 litros/hora -
por litro de resina, después de lo cual se conduce desde arriba sobre la
resina ácido clorhídrico de nueva aportación al 10% en peso a través de
15 la conducción 11 también con 5 - 10 litros/hora por litro de resina. Des-
pués de terminada la adición de ácido clorhídrico se lava el intercambia-
dor con agua totalmente desalinizada hasta quedar libre de ácido a través
de la conducción 6 con un grado de carga específica de 10-15 litro/hora
por litro de resina.

20 Durante la alimentación del contenido del recipiente -
2, ácido clorhídrico de nueva aportación y aguas de lavado, se retira la
porción saliente de 1, primero a través de la conducción 8 y a partir de
un $\text{pH} = 0,5$ se almacena nuevamente tras el recipiente 2 (a través de la
conducción 9). El almacenamiento es interrumpido cuando se alcanza en la
25 salida un pH de 1,5; entonces la porción saliente es retirada nuevamente
a través de la conducción 8. La solución almacenada en 2 es mezclada has-
ta homogeneidad.

A lo largo de 10 ciclos de intercambio, que se llevaron
a cabo tras haber obtenido valores constantes de los índices de trabajo,
30 resultó el siguiente balance:

1 Acido puesto en libertad (retirado a través de 5) : 26,75 val.
 Cantidad empleada de ácido clorhídrico de nueva —
 aportación : 28,35 val.
 Diferencia de HCl en 2 (1º ensayo/10º ensayo) : 0,55 val. de disminución.

5 Σ - cantidades empleadas de HCl : 28,90 val.

Consumo de HCl para regeneración : 108,0 % de la teoría.

Capacidad útil de la resina : 1,53 val/litro de resina.

La solución almacenada en 2 tenía un volumen en promedio de 2.000 ml, contenía en promedio 0,78 val/litro de iones H^+ y 0,96 val/litro de cloruro de sodio.

La curva 4 en las figuras 1 y 2 reproduce la dependencia entre la capacidad útil y el consumo de agente para regeneración en el caso de una adecuada realización del experimento.

Ejemplo comparativo 1:

15 En el mismo sistema de aparatos - que se describe en -
 el Ejemplo 1 - se realizaron 3 ciclos de intercambio sin almacenamiento
 tras el recipiente 2 y sin nueva utilización de una solución procedente
 del recipiente 2 en condiciones de experimentación por lo demás totalmen-
 te idénticas. Las partes de solución salientes durante la alimentación -
 20 de HCl de nueva aportación y el subsiguiente lavado posterior fueron re-
 tiradas de modo continuo a través de la conducción 3.

En promedio se obtuvieron los siguientes resultados:

Cantidad empleada de HCl : 1,62 val/litro de resina
 Acido liberado $\hat{=}$ Na^+ intercambiado : 1.355,0 val/litro de resina
 25 Consumo de agente para regeneración : 119,5 % de la teoría
 Capacidad útil : 1.355,0 val/litro de resina

El ensayo comparativo sin almacenamiento necesita por lo tanto 11,5% más de ácido clorhídrico que el experimento de acuerdo —
 con el procedimiento según el invento; al mismo tiempo, sin almacenamien-
 30 to la capacidad útil es 11,5% menor que según el procedimiento de acuer-

1 do con el invento.

Se utiliza una resina cuya capacidad útil es indicada por el fabricante con hasta 1,8 val/litro (capacidad total aproximadamente 2,2 val/litro de resina húmeda).

5 Ejemplo 2:

El ensayo se lleva a cabo en el mismo sistema de aparatos que se describe en el Ejemplo 1. El modo de realización es idéntico al del Ejemplo 1 excepto los siguientes datos.

10 Pasó a emplearse una solución acuosa de acetato de sodio, con una concentración de 2,1 val/litro. La operación de carga se — prosiguió hasta la salida de aproximadamente 100 ppm de sodio por la con- ducción de salida 5 de producto.

El contenido medio de sodio en el ácido acético obteni- do fue menor de 5 ppm.

15 Tras alcanzarse valores de trabajo constantes se efectuó un balance de 4 ciclos de intercambio:

Acido puesto en libertad (conducción 5) \approx Na⁺ intercambiado: 2,75 val

Cantidad empleada de HCl de nueva aportación : 2,04 val

Consumo de ácido clorhídrico : 103,0% de —
la teoría

20 Capacidad útil : 1,57 val/li-
tro de resina

La fracción almacenada de ácido clorhídrico fue recogi- da después de que el pH en la salida 8 hubo alcanzado el valor de 0,3.

25 El almacenamiento se prosiguió hasta un pH de 2,0.

La fracción almacenada fue mezclada homogéneamente antes de ser empleada de nuevo. Tenía en promedio un volumen de 1.735 ml, una concentración de iones H⁺ de 0,87 val/litro y una concentración de — NaCl de 1,15 val/litro.

30

1

Ejemplo comparativo 2.

En condiciones de experimentación por lo demás totalmente idénticas al Ejemplo 2 se efectuó la regeneración sin almacenamiento después del recipiente 2 y sin utilización de una solución de regeneración previa procedente del recipiente 2.

5

Balance:

Acido liberado $\hat{=}$ Na⁺ intercambiado : 2,42 val

Cantidad empleada de HCl : 2,84 val

Consumo de ácido clorhídrico : 117,0% de la teoría

10 Capacidad útil : 1,38 val/litro de resina.

Sin utilización del procedimiento de acuerdo con el invento, por lo tanto, el aprovechamiento de agente para regeneración es peor en alrededor de 14% de la teoría, con simultánea disminución de la capacidad útil en 12% y en condiciones de experimentación por lo demás idénticas.

15

- REIVINDICACIONES -

20

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

25

1ª.- Procedimiento para la realización del intercambio de iones en el ciclo con carga y con regeneración, caracterizado porque en al menos una de las dos reacciones - que en lo que sigue es denominada regeneración - las corrientes líquidas que salen de la resina durante

30

McE

1 la alimentación del agente para regeneración y durante el lavado, tras
haber alimentado el agente para regeneración, siempre que todavía contengan agente para regeneración prácticamente utilizable - son recogidas -
5 como una única fracción - que es homogénea en lo que se refiere a la composición y a la densidad - , después de lo cual esta solución es utilizada de nuevo en la siguiente regeneración y, antes de introducir agente para regeneración de nueva aportación, es vertida, nuevamente sobre la resina, conduciéndose tanto esta fracción nuevamente utilizada como también el agente para regeneración de nueva aportación en contracorriente
10 para la carga sobre la resina.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque en la preparación de ácido DL-tartárico a partir de peróxido de hidrógeno y ácido maleico la regeneración de un intercambiador - de cationes - después de eliminar por lavado el ácido cis-epoxisuccínico
15 - con ácido clorhídrico diluido, y la solución saliente de regeneración y lavado que contiene ácido clorhídrico es recogida con pH controlado y es alimentada de nuevo al siguiente ciclo de regeneración en dirección en contracorriente con respecto a la solución de la sal sódica de ácido cis-epoxisuccínico, nuevamente sobre el intercambiador de cationes.

20 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 2ª, caracterizado porque la solución de regeneración y lavado que contiene ácido clorhídrico es recogida en el margen de pH de 0,5 a 1,5.

4ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la regeneración del intercambiador de cationes en la preparación de ácido acético a partir de solución de acetato de sodio - después de haber separado por lavado el ácido acético - se lleva a cabo con ácido clorhídrico diluido y porque la solución saliente de regeneración
25 y lavado que contiene ácido clorhídrico es recogida por control del pH y es alimentada de nuevo en el siguiente ciclo de regeneración en dirección en contracorriente con respecto a la solución de acetato de sodio, nueva
30

ME

1 mente sobre el intercambiador de cationes.

5^a.- Procedimiento según la reivindicación 4^a, caracterizado porque la solución de regeneración y lavado que contiene ácido clorhídrico es recogida dentro del margen de pH de 0,3 a 2,0.

5 6^a.- Procedimiento para la realización del intercambio de iones en el ciclo con carga y con regeneración.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

10 Esta Memoria consta de dieciocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

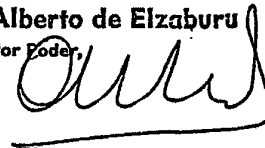
Madrid,

18. SET. 1976

P.A.

15

Alberto de Elizaburu
Por Poder,



20

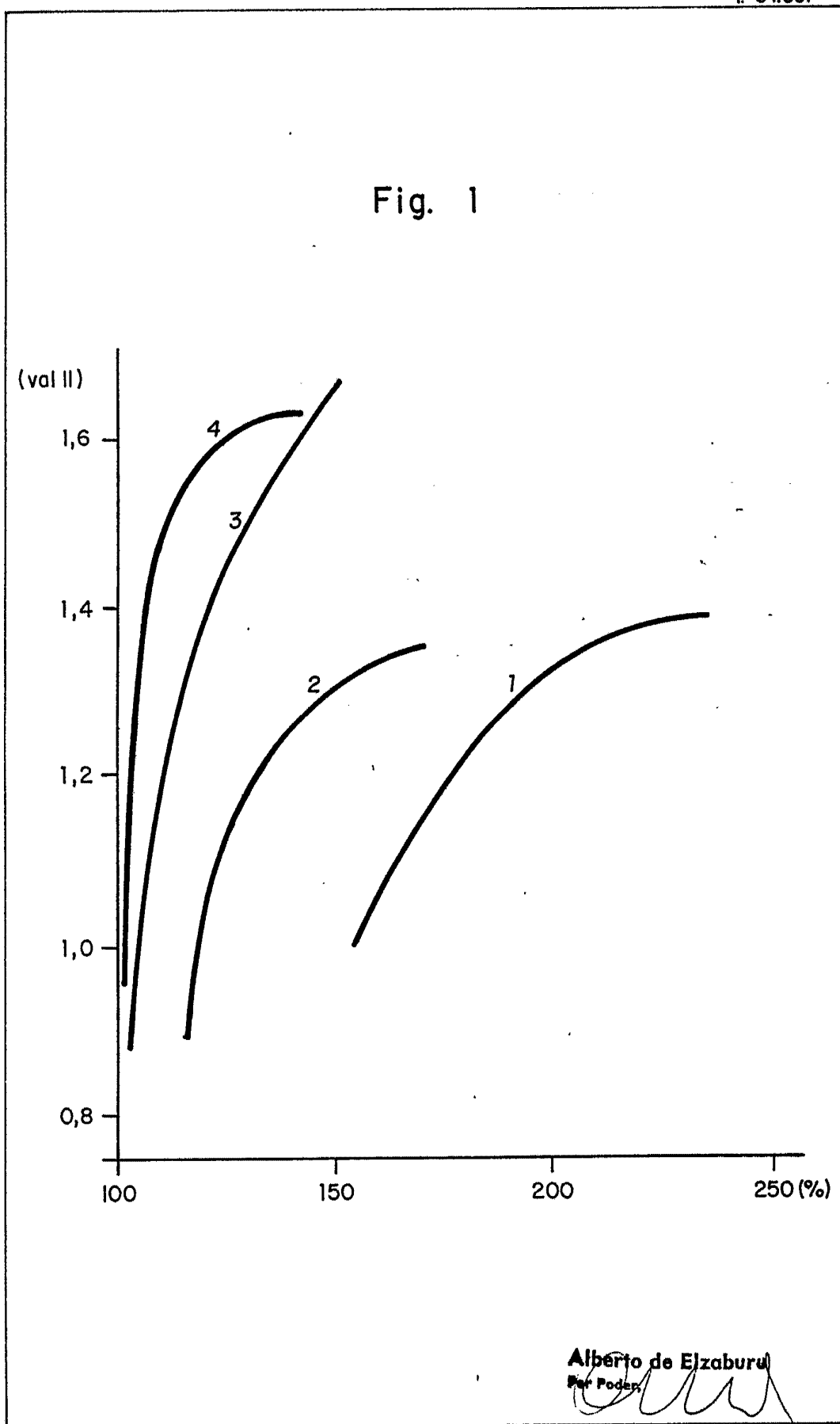
25

30

MIM

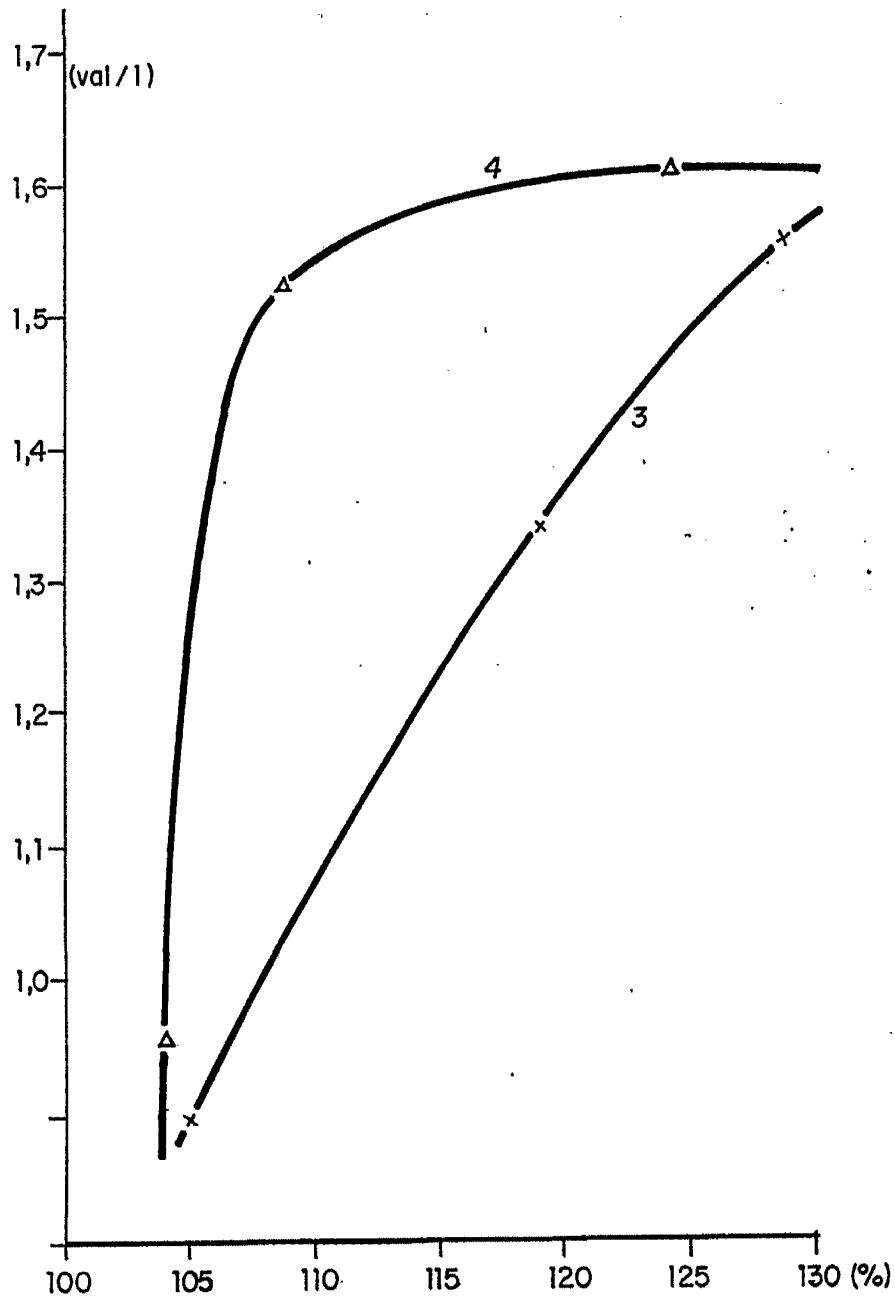
ME

Fig. 1



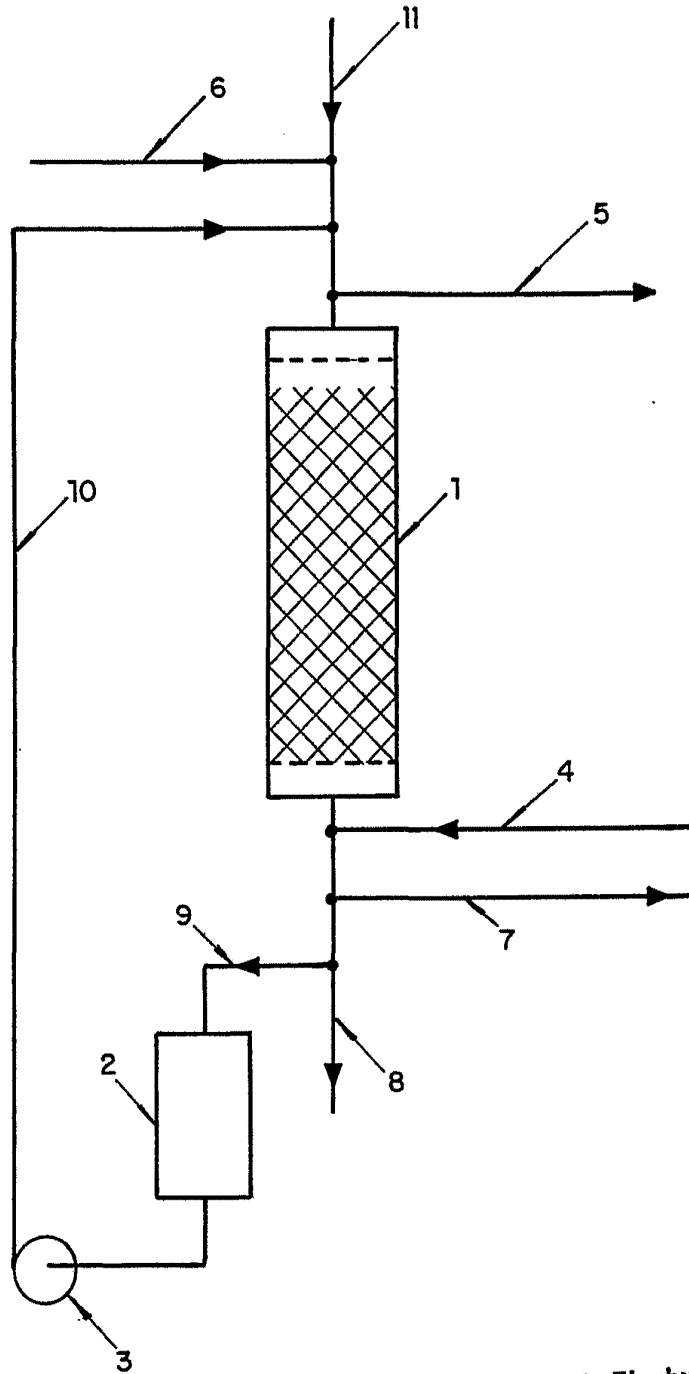
Alberto de Elzaburu
Per Podar

Fig. 2



Alberto de Elizaburu
Por Poder

Fig. 3



Alberto de Elzaburu
Por Poder